



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

| | | |
|--|-----------|---|
| (51) Classification internationale des brevets ⁷ : C23C 16/04, 16/50, H01J 37/32 | A1 | (11) Numéro de publication internationale: WO 00/66804 (43) Date de publication internationale: 9 novembre 2000 (09.11.00) |
| <p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR00/00916</p> <p>(22) Date de dépôt international: 11 avril 2000 (11.04.00)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 99/06178 29 avril 1999 (29.04.99) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): SIDEL ACTIS SERVICES [FR/FR]; Avenue de la Patrouille de France, Octeville-sur-Mer, B.P. 204, F-76053 Le Havre Cedex (FR).</p> <p>(72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (US seulement): CHOLLET, Patrick [FR/FR]; Sidel, B.P. 204, F-76053 Le Havre Cedex (FR).</p> <p>(74) Mandataire: PUTET, Gilles; Sidel, Scc Propriété Industrielle, B.P. 204, F-76053 Le Havre Cedex (FR).</p> | | <p>(81) Etats désignés: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée Avec rapport de recherche internationale.</p> |

(54) Title: DEVICE FOR TREATING A CONTAINER WITH MICROWAVE PLASMA

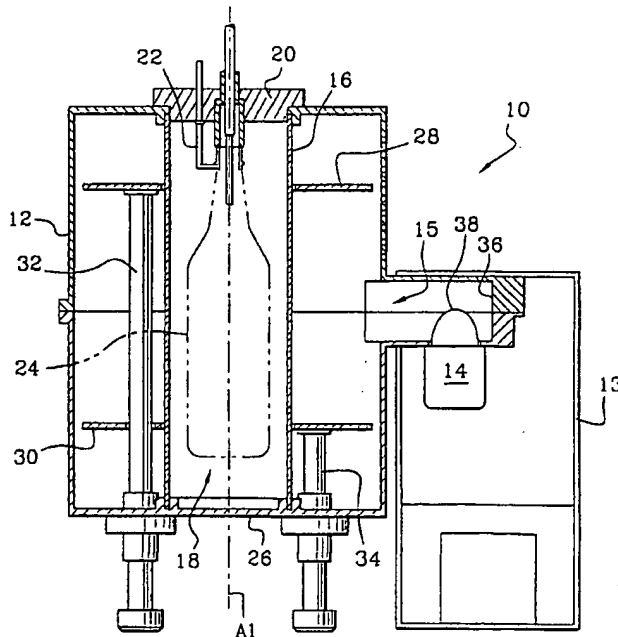
(54) Titre: DISPOSITIF POUR LE TRAITEMENT D'UN RECIPIENT PAR PLASMA MICRO-ONDES

(57) Abstract

The invention concerns a device for treating with microwave plasma a container, characterised in that the container is placed in a chamber (12) made of a conductive material and is rotationally symmetrical, and the device comprises a wave guide tunnel (15) substantially perpendicular to the axis (A1) of the chamber and which emerges therein in the form of a rectangular window whereof the smaller dimension corresponds to its dimension along the chamber axis, and the internal diameter of the chamber (12) is such that the microwaves are propagated in the chamber mainly according to a mode whereby the electric field resulting from the propagation of the microwaves exhibit an axial rotational symmetry.

(57) Abrégé

L'invention propose un dispositif pour traitement par plasma micro-ondes d'un récipient, caractérisé en ce que le récipient est placé dans une enceinte (12) en matériau conducteur qui est cylindrique de révolution, en ce que le dispositif comporte un tunnel guide d'onde (15) qui est sensiblement perpendiculaire à l'axe (A1) de l'enceinte et qui débouche dans celle-ci sous la forme d'une fenêtre rectangulaire dont la plus petite dimension correspond à sa dimension selon la direction de l'axe de l'enceinte, et en ce que le diamètre interne de l'enceinte (12) est tel que les micro-ondes se propagent dans l'enceinte principalement selon un mode dans lequel le champ électrique résultant de la propagation des micro-ondes présente une symétrie axiale de révolution.



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

| | | | | | | | |
|----|---------------------------|----|---|----|--|----|-----------------------|
| AL | Albanie | ES | Espagne | LS | Lesotho | SI | Slovénie |
| AM | Arménie | FI | Finlande | LT | Lituanie | SK | Slovaquie |
| AT | Autriche | FR | France | LU | Luxembourg | SN | Sénégal |
| AU | Australie | GA | Gabon | LV | Lettonie | SZ | Swaziland |
| AZ | Azerbaïdjan | GB | Royaume-Uni | MC | Monaco | TD | Tchad |
| BA | Bosnie-Herzégovine | GE | Géorgie | MD | République de Moldova | TG | Togo |
| BB | Barbade | GH | Ghana | MG | Madagascar | TJ | Tadjikistan |
| BE | Belgique | GN | Guinée | MK | Ex-République yougoslave de Macédoine | TM | Turkménistan |
| BF | Burkina Faso | GR | Grèce | ML | Mali | TR | Turquie |
| BG | Bulgarie | HU | Hongrie | MN | Mongolie | TT | Trinité-et-Tobago |
| BJ | Bénin | IE | Irlande | MR | Mauritanie | UA | Ukraine |
| BR | Brésil | IL | Israël | MW | Malawi | UG | Ouganda |
| BY | Bélarus | IS | Islande | MX | Mexique | US | Etats-Unis d'Amérique |
| CA | Canada | IT | Italie | NE | Niger | UZ | Ouzbékistan |
| CF | République centrafricaine | JP | Japon | NL | Pays-Bas | VN | Viet Nam |
| CG | Congo | KE | Kenya | NO | Norvège | YU | Yougoslavie |
| CH | Suisse | KG | Kirghizistan | NZ | Nouvelle-Zélande | ZW | Zimbabwe |
| CI | Côte d'Ivoire | KP | République populaire démocratique de Corée | PL | Pologne | | |
| CM | Cameroun | KR | République de Corée | PT | Portugal | | |
| CN | Chine | KZ | Kazakstan | RO | Roumanie | | |
| CU | Cuba | LC | Sainte-Lucie | RU | Fédération de Russie | | |
| CZ | République tchèque | LI | Liechtenstein | SD | Soudan | | |
| DE | Allemagne | LK | Sri Lanka | SE | Suède | | |
| DK | Danemark | LR | Libéria | SG | Singapour | | |
| EE | Estonie | | | | | | |

Dispositif pour le traitement d'un récipient par plasma micro-ondes

L'invention se rapporte au domaine des procédés de traitement de
5 surfaces sur un récipient, par exemple en matériau thermoplastique.

L'invention trouvera par exemple application dans le domaine du
dépôt de couches minces à effet barrière sur des bouteilles ou des pots en
matériaux thermoplastiques tels que le polyéthylène téréphtalate.

En effet, on cherche actuellement à améliorer les propriétés
10 barrières de ces récipients, notamment en vue de diminuer leur
perméabilité aux gaz ou d'augmenter leur opacité à certains rayonnements,
notamment les ultraviolets, ceci afin d'augmenter la durée de conservation
des produits emballés dans ces récipients.

Dans ce but, divers procédés ont été proposés qui visent soit à
15 modifier directement le matériau du récipient, au moins en surface, soit à
recouvrir les récipients d'une couche de matériau organique ou
inorganique permettant d'améliorer les propriétés du récipient. Pour
réaliser de tels traitements, une voie particulièrement intéressante
consiste à effectuer un traitement par plasma à basse pression. Dans un
20 tel procédé, on crée à l'intérieur de l'enceinte un vide en même temps que
l'on y injecte un fluide réactionnel sous une pression absolue de
préférence inférieure à 1 mbar. Le fluide réactionnel varie en fonction de la
nature du matériau que l'on souhaite déposer. Il comporte un précurseur
du matériau à déposer, généralement sous la forme d'un gaz ou d'un
25 mélange de gaz. Il peut aussi comporter un gaz porteur.

Ce fluide réactionnel est soumis à un rayonnement
électromagnétique de type micro-ondes propre à exciter le précurseur pour
former un plasma qui crée des molécules actives. Dans le cas d'un
traitement de dépôt, ces molécules peuvent se déposer sur la surface du
30 récipient par le biais d'une liaison physico-chimique particulièrement forte
qui garantit la stabilité du matériau déposé. Toutefois, dans certains cas,
le traitement peut consister en une simple modification de la surface du
matériau constitutif du récipient. Il n'y alors pas de dépôt d'une nouvelle
couche de matière mais modification du matériau du récipient par
35 interaction avec les molécules ou espèces actives du plasma.

L'utilisation de rayonnements électromagnétiques de type micro-ondes permet notamment d'obtenir des dépôts ayant une structure particulière impossible à obtenir avec d'autres rayonnements tels que les rayonnements de type radiofréquences qui sont largement utilisés.

5 Une des difficultés que l'on rencontre dans la mise en œuvre de ces procédés réside dans le fait d'obtenir une uniformité du traitement sur toute la surface à revêtir. Dans le cas d'un traitement de dépôt, ces problèmes d'homogénéité peuvent avoir des répercussions en termes d'épaisseur de la couche déposée et en termes de composition de cette
10 couche. Bien entendu, cette mauvaise homogénéité de la couche déposée n'est pas satisfaisante.

Or, l'obtention d'un traitement homogène passe notamment par l'utilisation d'un plasma présentant la plus grande uniformité possible.

L'invention a donc pour but de proposer un dispositif permettant
15 d'obtenir une propagation optimale des micro-ondes apte à garantir une bonne homogénéité du plasma. Pour les traitements de dépôt, ce dispositif doit de plus permettre que cette homogénéité soit obtenue tout en utilisant des temps de traitement compatibles avec une utilisation industrielle, c'est-à-dire avec des vitesses de dépôt relativement importantes.

20 Dans ce but, l'invention propose un dispositif pour le traitement de surface d'un récipient, du type dans lequel le traitement est réalisé à l'aide d'un plasma à basse pression par excitation d'un fluide réactif grâce à des ondes électromagnétiques de type micro-ondes, et du type dans lequel le récipient est placé dans une enceinte en matériau conducteur à l'intérieur
25 de laquelle les micro-ondes sont introduites par l'intermédiaire d'un dispositif de couplage, caractérisé en ce que l'enceinte est cylindrique de révolution autour d'un axe principal du récipient, en ce que le dispositif de couplage comporte un tunnel guide d'onde qui s'étend selon une direction sensiblement perpendiculaire à l'axe de l'enceinte et qui débouche dans
30 une paroi latérale de celle-ci sous la forme d'une fenêtre qui, en projection sur un plan tangent à l'enceinte, présente une forme rectangulaire dont la plus petite dimension correspond à sa dimension selon la direction de l'axe de l'enceinte, et en ce que le diamètre interne de l'enceinte est tel que les micro-ondes se propagent dans l'enceinte principalement selon un mode
35 dans lequel le champ électrique résultant de la propagation des micro-ondes présente une symétrie axiale de révolution.

Selon d'autres caractéristiques de l'invention :

- lorsque les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte en l'absence de récipient, la variation de l'intensité du champ électrique présente deux maxima sur un rayon de l'enceinte ;
- 5 - les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 213 et 217 mm ;
- lorsque les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte en l'absence de récipient, la variation de l'intensité du champ électrique présente trois maxima sur un rayon de l'enceinte ;
- 10 - les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 334 et 340 mm ;
- lorsque les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte en l'absence de récipient, la variation de l'intensité du champ électrique présente quatre maxima sur un rayon de l'enceinte ;
- 15 - les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 455 et 465 mm ;
- le tunnel guide d'onde est de section rectangulaire ;
- les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, en ce que la section du tunnel guide d'onde présente des dimensions d'environ 43 mm
- 20 selon la direction de l'axe de l'enceinte et d'environ 86 mm selon la direction perpendiculaire ;
- le fluide réactif est introduit à l'intérieur du récipient de manière que le traitement s'effectue sur la face interne du récipient ;
- le fluide réactif est introduit dans l'enceinte, à l'extérieur du
- 25 récipient, de manière que le traitement s'effectue sur la face externe du récipient ;
- à l'intérieur de l'enceinte, une cavité est délimitée par une paroi réalisée en un matériau qui est sensiblement transparent aux micro-ondes, et le récipient est reçu à l'intérieure de la cavité ; et
- 30 - le traitement comprend une étape de dépôt d'un matériau par plasma basse pression.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée qui suit ainsi que dans le dessin annexé dans lequel la figure unique illustre de manière schématique un

35 dispositif conforme aux enseignements de l'invention.

Le dispositif illustré schématiquement sur la figure unique est un poste de traitement 10 conforme aux enseignements de l'invention. Il est plus particulièrement destiné à assurer la mise en œuvre d'un procédé de dépôt par plasma à basse pression d'un revêtement sur la face interne
5 d'un récipient en matériau thermoplastique.

A titre d'exemple, le récipient peut être une bouteille en polyéthylène téréphtalate (PET) et le revêtement à former peut être constitué d'un matériau à base de carbone. Toutefois, l'invention pourra
10 avantageusement être mise en œuvre pour d'autres récipients et pour d'autres types de revêtements, par exemple pour des revêtements à base d'oxydes de silicium ou d'oxydes aluminium. Tous ces revêtements sont en effet particulièrement intéressants car ils permettent de diminuer de manière importante la perméabilité d'une bouteille en PET vis-à-vis de gaz tels que l'oxygène et le dioxyde de carbone.

15 Le poste de traitement 10 est prévu pour traiter une bouteille à la fois. Toutefois, ce poste sera de préférence intégré à une machine rotative comportant une série de postes identiques, ceci afin de pouvoir traiter un grand nombre de bouteilles dans un temps donné.

Le poste 10 comporte donc une enceinte extérieure 12 en matériau
20 conducteur, par exemple métallique. L'enceinte 12 est cylindrique d'axe A1 et, selon l'invention, elle est dimensionnée pour favoriser un mode particulier de couplage d'un champ électromagnétique de type micro-ondes.

En effet, le poste 10 comporte un générateur 14 qui est agencé à
25 l'extérieur de l'enceinte 12 et qui est susceptible de délivrer un champ électromagnétique dans le domaine des micro-ondes. La fréquence du champ de micro-ondes délivré par le générateur 14 est par exemple de 2,45 GHz.

Le générateur 14 est monté dans un coffret 13 à l'extérieur de
30 l'enceinte 12, et le rayonnement électromagnétique qu'il délivre est amené jusqu'à l'enceinte 12 par un guide d'ondes 15 en forme de tunnel qui s'étend selon un rayon de l'enceinte cylindrique et qui débouche au travers d'une fenêtre aménagée dans l'enceinte, sensiblement à mi-hauteur de celle-ci.

Comme cela sera divulgué en détails plus bas, la forme et les dimensions du guide d'ondes 15 sont elles aussi adaptées pour permettre un couplage favorable du champ de micro-ondes dans l'enceinte 12.

A l'intérieur de l'enceinte 12, on a disposé un tube 16 qui est coaxial
5 à l'enceinte, qui est sensiblement transparent pour les micro-ondes, et qui délimite, à l'intérieur de l'enceinte 12, une cavité cylindrique 18 coaxiale à l'enceinte 12. Le tube 16 est par exemple réalisé en quartz. La cavité 18 est fermée à l'une de ses extrémités axiales, en l'occurrence l'extrémité inférieure, par une paroi transversale inférieure 26 de l'enceinte 12. Au
10 contraire, l'extrémité supérieure de la cavité 18 est ouverte pour permettre l'introduction d'une bouteille à l'intérieur de la cavité dans laquelle elle va subir un traitement. La bouteille est disposée de manière sensiblement coaxiale à l'enceinte 12 et à la cavité 18.

Un couvercle 20 est destiné à refermer de manière étanche
15 l'extrémité supérieure de la cavité 18 de telle sorte que l'on puisse y faire le vide. Pour permettre l'introduction du récipient 24 à l'intérieur de la cavité 18, le couvercle 20 est mobile axialement.

Sur le couvercle 20, il est prévu des moyens 22 pour maintenir le récipient 24 par le col, et des moyens pour créer différents niveaux de vide
20 dans la cavité 18. Ainsi, dans le cas du traitement de la surface interne du récipient, on crée dans le récipient 24 un vide correspondant à une pression absolue d'environ 0,1 mbar, et, à l'extérieur de la bouteille, on crée un vide correspondant à une pression absolue d'environ 50 mbar. Le vide créé autour du récipient 24 évite que celui-ci ne soit soumis à un trop
25 grand différentiel de pression qui conduirait à une déformation du récipient. Toutefois, ce vide n'est pas suffisamment poussé pour permettre la formation d'un plasma, ceci afin que l'énergie apportée par les micro-ondes ne soit pas dispersée à l'extérieur de la bouteille où on ne souhaite pas réaliser de dépôt. Un autre mode de fonctionnement est de créer,
30 autour du récipient 24, un vide suffisamment bas, par exemple inférieur à 0,01 mbar, pour que le plasma ne puisse s'y amorcer. Ce mode de fonctionnement est techniquement moins intéressant car il faut plus de temps pour atteindre ce bas niveau de pression.

Bien entendu, le couvercle 20 comporte aussi des moyens pour
35 injecter dans l'enceinte, en l'occurrence à l'intérieur du récipient 24, un fluide réactionnel qui contient au moins un précurseur pour le matériau que

l'on souhaite déposer sur la paroi interne du récipient. On notera que le traitement du récipient 24 pourra aussi comporter la mise en œuvre de procédés complémentaires au procédé de dépôt. On peut ainsi envisager d'effectuer un premier procédé de préparation de la surface du récipient avant d'effectuer le dépôt, ou d'effectuer un procédé ultérieur au dépôt.

Le dispositif comporte aussi des plateaux annulaires 28, 30 d'axe A1 qui sont disposés dans l'enceinte 12, autour du tube de quartz 16. Les deux plateaux 28, 30 sont décalés axialement l'un par rapport à l'autre de manière à être agencés axialement de part et d'autre de la fenêtre par laquelle le guide d'onde 15 débouche dans l'enceinte 12. Toutefois, leurs positions axiales respectives peuvent varier en fonction de la forme du récipient 24 à traiter. En effet, les plateaux 28, 30, qui sont réalisés en matériau conducteur de l'électricité, sont destinés à former des courts-circuits pour le champ électromagnétique introduit dans l'enceinte 12, ceci de manière à confiner axialement le champ pour avoir un maximum de l'intensité au niveau de la zone effective de traitement. Les plateaux 28, 30 sont donc portés par des tiges 32, 34 coulissantes axialement qui permettent un réglage rapide et aisé de la position axiale des plateaux.

Selon l'invention, le dispositif proposé doit permettre l'obtention, à l'intérieur de l'enceinte, d'un plasma présentant la plus grande homogénéité possible. Pour ce faire, il faut que l'intensité du champ électromagnétique soit répartie de la manière la plus uniforme possible, et notamment que l'intensité du champ en un point de l'enceinte soit sensiblement indépendante de la position axiale du point considéré, mais aussi sensiblement indépendante de la position angulaire de ce point autour de l'axe A1.

Pour ce faire, il est apparu que les meilleurs résultats ont été obtenus avec le poste de traitement tel que défini ci-dessous.

Le guide d'onde 15, dont on a vu qu'il s'étend selon un rayon par rapport à l'axe A1, est délimité radialement vers l'extérieur par une paroi de fond 36 agencée sensiblement à 185 mm de l'axe A1. Le guide d'onde 15 présente une section rectangulaire constante dont la hauteur selon la direction de l'axe A1 est d'environ 43 mm et dont la largeur est d'environ 86 mm.

Le générateur 14 est disposé de telle sorte que son antenne 38, qui pénètre dans le guide d'onde 15 par une ouverture aménagée dans une

paroi inférieure du guide d'onde, soit située radialement par rapport à la paroi de fond 36 à la distance prédéterminée préconisée par le constructeur du générateur.

Toutefois, pour obtenir une répartition optimum de l'intensité du champ électromagnétique, il est apparu que le paramètre déterminant était le diamètre interne de l'enceinte 12.

En effet, dans le cadre de l'utilisation d'un générateur de micro-ondes à 2,45 GHz, des résultats particulièrement probants ont été obtenus pour les dans les trois cas suivants :

10 - le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 213 et 217 mm, auquel cas, en l'absence de récipient et de vide dans la cavité, la variation de l'intensité du champ électrique présente deux maxima sur un rayon de l'enceinte ;

15 - le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 334 et 340 mm, auquel cas, en l'absence de récipient et de vide dans la cavité, la variation de l'intensité du champ électrique présente trois maxima sur un rayon de l'enceinte ;

20 - le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 455 et 465 mm, auquel cas, en l'absence de récipient et de vide dans la cavité, la variation de l'intensité du champ électrique présente quatre maxima sur un rayon de l'enceinte.

Ces résultats sont susceptibles d'être mis en évidence en disposant, à l'intérieur de l'enceinte, des feuilles de papier thermosensible selon diverses orientations (radiales, circonférentielles et transversales) pour 25 obtenir une image du champ électromagnétique régnant dans l'enceinte. Dans les trois cas, on a pu remarquer que le champ électromagnétique présentait une symétrie axiale de révolution autour de l'axe A1.

Dans le cas d'une enceinte présentant un diamètre interne d'environ 215 mm, on pourra par exemple utiliser un tube de quartz 16 présentant un 30 diamètre interne d'environ 85 mm. Avec un tel dispositif, des essais ont permis de déposer, sur la face interne d'une bouteille en PET d'un volume de 500 ml, un revêtement homogène d'un matériau à base de carbone avec des vitesses moyennes de dépôt de l'ordre de 300 à 400 angströms par seconde. Ainsi, le temps de traitement permettant d'obtenir une couche 35 barrière efficace est de l'ordre de 1 à 3 secondes, ce qui permet de mettre en œuvre ce dispositif à échelle industrielle.

De la sorte, l'invention permet d'aboutir à un dispositif industriel pour effectuer sur la paroi interne du récipient un dépôt présentant toutes les qualités requises, notamment en termes de propriétés barrières, dans un temps très court. De plus, ce dispositif est suffisamment simple et compact
5 pour pouvoir être installé sur une machine tournante capable de traiter un nombre important de récipients par heure.

Par ailleurs, un tel dispositif peut être utilisé pour effectuer d'autres types de traitements que les dépôts de revêtements, par exemple des traitements mettant en jeu un gaz ou un mélange de gaz tel que l'oxygène,
10 l'azote ou l'argon qui ne provoquent pas de dépôt de matière mais qui, portés à l'état de plasma, modifient en surface la structure du matériau constitutif du récipient. Il peut aussi être utilisé pour traiter la surface externe du récipient. Dans ce cas, il faudra bien entendu que le fluide réactif soit injecté dans la cavité mais à l'extérieur du récipient.

REVENDICATIONS

1. Dispositif pour le traitement de surface d'un récipient, du type
5 dans lequel le traitement est réalisé à l'aide d'un plasma à basse pression
par excitation d'un fluide réactif grâce à des ondes électromagnétiques de
type micro-ondes, et du type dans lequel le récipient est placé dans une
enceinte (12) en matériau conducteur à l'intérieur de laquelle les micro-
ondes sont introduites par l'intermédiaire d'un dispositif de couplage,
10 caractérisé en ce que l'enceinte (12) est cylindrique de révolution
autour d'un axe principal (A1) du récipient (24), en ce que le dispositif de
couplage comporte un tunnel guide d'onde (15) qui s'étend selon une
direction sensiblement perpendiculaire à l'axe (A1) de l'enceinte et qui
débouche dans une paroi latérale de celle-ci sous la forme d'une fenêtre
15 qui, en projection sur un plan tangent à l'enceinte, présente une forme
rectangulaire dont la plus petite dimension correspond à sa dimension
selon la direction de l'axe de l'enceinte, et en ce que le diamètre interne
de l'enceinte (12) est tel que les micro-ondes se propagent dans l'enceinte
principalement selon un mode dans lequel le champ électrique résultant de
20 la propagation des micro-ondes présente une symétrie axiale de révolution.

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que, lorsque
les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte (12) en l'absence de
récipient (24), la variation de l'intensité du champ électrique présente deux
25 maxima sur un rayon de l'enceinte.

3. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que les
micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et en ce que le diamètre
interne de l'enceinte (12) est compris entre 213 et 217 mm.

30

4. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que lorsque
les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte en l'absence de récipient,
la variation de l'intensité du champ électrique présente trois maxima sur un
rayon de l'enceinte.

35

5. Dispositif selon la revendication 4, caractérisé en ce que les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et en ce que le diamètre interne de l'enceinte (12) est compris entre 334 et 340 mm.

5 6. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que lorsque les micro-ondes sont introduites dans l'enceinte en l'absence de récipient, la variation de l'intensité du champ électrique présente quatre maxima sur un rayon de l'enceinte.

10 7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, et en ce que le diamètre interne de l'enceinte est compris entre 455 et 465 mm.

8. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes,
15 caractérisé en ce que le tunnel guide d'onde (15) est de section rectangulaire.

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que les micro-ondes ont une fréquence de 2,45 GHz, en ce que la section du
20 tunnel guide d'onde (15) présente des dimensions d'environ 43 mm selon la direction de l'axe (A1) de l'enceinte (12) et d'environ 86 mm selon la direction perpendiculaire.

10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications
25 précédentes, caractérisé en ce que le fluide réactif est introduit à l'intérieur du récipient (24) de manière que le traitement s'effectue sur la face interne du récipient.

11. Dispositif selon l'une quelconque des revendications
30 précédentes, caractérisé en ce que le fluide réactif est introduit dans l'enceinte (12), à l'extérieur du récipient (24), de manière que le traitement s'effectue sur la face externe du récipient.

12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications
35 précédentes, caractérisé en ce que, à l'intérieur de l'enceinte (12), une cavité (18) est délimitée par une paroi (16) réalisée en un matériau qui est

sensiblement transparent aux micro-ondes, et en ce que le récipient (24) est reçu à l'intérieure de la cavité (18).

13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications
5 précédentes, caractérisé en ce que le traitement comprend une étape de dépôt d'un matériau par plasma basse pression.

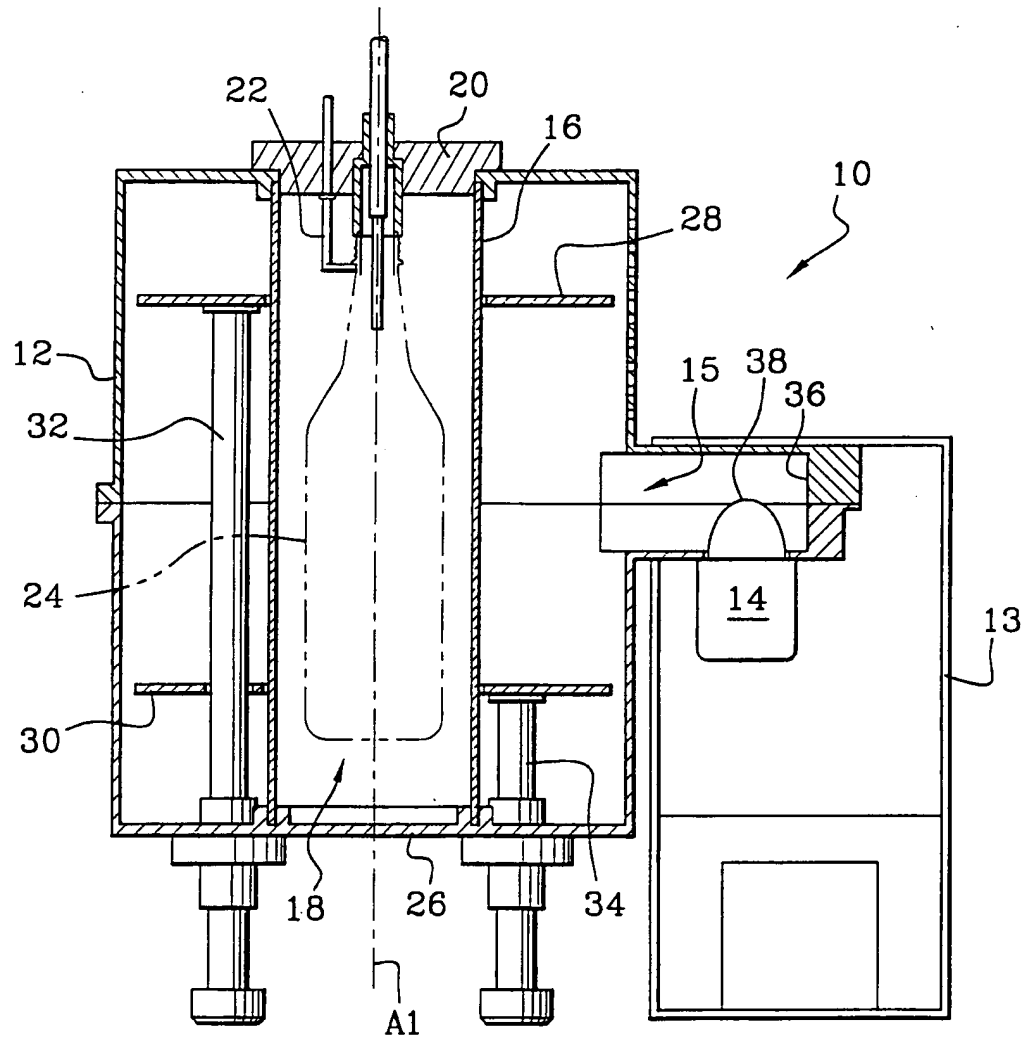


FIG. UNIQUE

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 00/00916

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C23C16/04 C23C16/50 H01J37/32

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C23C H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| A | WO 99 17334 A (LAURENT JACQUES ;TETRA LAVAL HOLDINGS & FINANCE (CH)) 8 April 1999 (1999-04-08) page 5, line 6 -page 7, line 18; figure 1 | 1-13 |
| A | EP 0 881 197 A (LEYBOLD SYSTEMS GMBH) 2 December 1998 (1998-12-02) column 4, line 41 -column 5, line 38; figure 1 | 1-13 |
| A | EP 0 346 168 A (CENTRE NAT RECH SCIENT) 13 December 1989 (1989-12-13) column 3, line 43 - line 59; figures 1,2 | 1-13 |

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 July 2000

Date of mailing of the international search report

11/07/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Patterson, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

...formation on patent family members

Inter national Application No

PCT/FR 00/00916

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | | Publication date |
|---|---|---------------------|----------------------------|------------|---------------------|
| WO 9917334 | A | 08-04-1999 | AU | 9180598 A | 23-04-1999 |
| EP 0881197 | A | 02-12-1998 | DE | 19722205 A | 03-12-1998 |
| | | | CN | 1200381 A | 02-12-1998 |
| | | | JP | 10330945 A | 15-12-1998 |
| EP 0346168 | A | 13-12-1989 | FR | 2631199 A | 10-11-1989 |
| | | | DE | 68911390 D | 27-01-1994 |
| | | | DE | 68911390 T | 07-07-1994 |
| | | | ES | 2049339 T | 16-04-1994 |
| | | | WO | 8911206 A | 16-11-1989 |
| | | | JP | 3504301 T | 19-09-1991 |
| | | | US | 5063330 A | 05-11-1991 |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Den = Internationale No
PCT/FR 00/00916

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C23C16/04 C23C16/50 H01J37/32

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C23C H01J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie * | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | no. des revendications visées |
|-------------|--|-------------------------------|
| A | WO 99 17334 A (LAURENT JACQUES ; TETRA LAVAL HOLDINGS & FINANCE (CH)) 8 avril 1999 (1999-04-08) page 5, ligne 6 -page 7, ligne 18; figure 1 ----- | 1-13 |
| A | EP 0 881 197 A (LEYBOLD SYSTEMS GMBH) 2 décembre 1998 (1998-12-02) colonne 4, ligne 41 -colonne 5, ligne 38; figure 1 ----- | 1-13 |
| A | EP 0 346 168 A (CENTRE NAT RECH SCIENT) 13 décembre 1989 (1989-12-13) colonne 3, ligne 43 - ligne 59; figures 1,2 ----- | 1-13 |

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

3 juillet 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

11/07/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Patterson. A

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Den e internationale No

PCT/FR 00/00916

| Document brevet cité au rapport de recherche | | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|---|------------------------|---|------------------------|
| WO 9917334 | A | 08-04-1999 | AU 9180598 A | 23-04-1999 |
| EP 0881197 | A | 02-12-1998 | DE 19722205 A | 03-12-1998 |
| | | | CN 1200381 A | 02-12-1998 |
| | | | JP 10330945 A | 15-12-1998 |
| EP 0346168 | A | 13-12-1989 | FR 2631199 A | 10-11-1989 |
| | | | DE 68911390 D | 27-01-1994 |
| | | | DE 68911390 T | 07-07-1994 |
| | | | ES 2049339 T | 16-04-1994 |
| | | | WO 8911206 A | 16-11-1989 |
| | | | JP 3504301 T | 19-09-1991 |
| | | | US 5063330 A | 05-11-1991 |